

**Pengukuran kadar timah hitam dalam darah
menggunakan spektrofotometer serapan atom
dengan atomisasi tungku grafit
(*graphite furnace atomization*)**



Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
Pendahuluan.....	iii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Istilah dan definisi	1
3 Simbol, satuan dan singkatan.....	1
4 Pengambilan sampel	2
5 Cara pengukuran.....	2
6 Jaminan mutu dan pengendalian mutu.....	4
Lampiran A (normatif) Formulir pengambilan sampel timah hitam dalam darah tenaga kerja	5
Lampiran B (informatif) Contoh kurva kalibrasi.....	6
Lampiran C (informatif) Contoh jaminan mutu hasil uji presisi dan akurasi.....	7
Lampiran D (normatif) Formulir pengukuran kadar timah hitam dalam darah tenaga kerja	8
Bibliografi.....	9
Tabel A.1 – Data pengambilan sampel timah hitam dalam darah tenaga kerja	5
Tabel B.1 – Contoh kurva kalibrasi.....	6
Tabel D.1 – Data analisis laboratorium kadar timah hitam dalam darah	8

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) dengan judul pengukuran kadar timah hitam dalam darah menggunakan spektrofotometer serapan atom dengan atomisasi tungku grafit (*graphite furnace atomisation*) dimaksudkan untuk mewujudkan keseragaman secara nasional dalam melakukan pengukuran dan penilaian bahaya paparan timah hitam dalam upaya melindungi keselamatan dan kesehatan tenaga kerja.

Standar ini dipersiapkan oleh Panitia Teknis 13-01, *Keselamatan dan Kesehatan Kerja*, dan telah dikonsensuskan di Jakarta pada tanggal 27 Oktober 2004 yang dihadiri oleh wakil instansi pemerintah, serikat pekerja/serikat buruh, organisasi pengusaha, asosiasi profesi dan perguruan tinggi. Standar ini juga telah melalui jajak pendapat pada tanggal 4 April 2007 sampai dengan tanggal 4 Juni 2007.



Pendahuluan

Perkembangan industri di Indonesia dewasa ini maju pesat, sejalan dengan tuntutan akan kebutuhan berbagai macam produk. Tumbuhnya industri tersebut mengakibatkan peningkatan penggunaan berbagai bahan kimia baik sebagai bahan baku maupun bahan penolong. Sebagai produk teknologi, bahan kimia di satu pihak dituntut keberadaannya, namun di lain pihak bisa membahayakan manusia dan lingkungannya yang menggunakan bahan kimia tersebut, apabila tidak ditangani secara baik dan benar. Salah satu bahan kimia yang banyak pemakaiannya adalah timah hitam dengan rumus kimia Pb.

Dengan menerapkan ketentuan standar keselamatan kerja dan Hiperkes, maka timah hitam (Pb) yang masuk ke dalam tubuh berada pada kadar aman. Hal ini merupakan upaya untuk mencegah timbulnya gangguan kesehatan atau penyakit akibat paparan Pb. Pb dapat menyebabkan efek toksis terhadap susunan syaraf, darah dan juga sistim organ tubuh lainnya.

Berdasarkan kenyataan di atas perlu upaya pemantauan dengan melakukan pengukuran kadar timah hitam dalam darah sehingga dapat diketahui tingkat paparannya. Untuk itu perlu disusun suatu metoda standar pengukuran kadar timah hitam dalam darah yang dibakukan sebagai SNI.





Pengukuran kadar timah hitam dalam darah menggunakan spektrofotometer serapan atom dengan atomisasi tungku grafit (*graphite furnace atomization*)

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan cara pengukuran kadar timah hitam dalam darah menggunakan spektrofotometer serapan atom dengan atomisasi tungku grafit yang meliputi pembuatan larutan pengencer *Triton X-HCl*, larutan standar, kurva kalibrasi, persiapan sampel, analisis sampel dan perhitungan serta pembuatan laporan hasil pengukuran.

2 Istilah dan definisi

2.1

timah hitam

unsur kimiawi yang tergolong logam dengan rumus kimia *Plumbum* (Pb). Nomor CAS 7439-92-1 untuk Pb dan 1317-36-8 untuk PbO. Logam Pb merupakan logam lunak, berat jenis 11,3 g/cm³, titik leleh 327,5 °C dengan valensi +2 dan valensi +4 untuk garam-garamnya

2.2

spektrofotometer serapan atom dengan atomisasi tungku grafit

alat untuk menentukan kadar logam dalam sampel

2.3

larutan standar Pb

larutan yang mengandung Pb yang sudah terukur beratnya secara akurat dan telah diketahui kemurniannya yang dilarutkan dalam pelarut yang sesuai dengan *volume* tertentu

2.4

kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan antara kadar larutan standar dengan hasil pembacaan absorbansi yang merupakan garis lurus

2.5

Certified Reference Material (CRM)

bahan standar yang bersertifikat yang tertelusur ke sistem nasional atau internasional

3 Simbol, satuan dan singkatan

ml	: mili liter
µg/ml	: mikro gram per milli liter
nm	: nano meter
ppm	: <i>part per million</i> (bagian dalam sejuta)
<i>Triton X-100</i>	: non ionik surfaktan, oktil fenoksi etanol
HNO ₃	: asam nitrat
HCl	: asam klorida
µl	: mikro liter
r ²	: koefisien korelasi

min : menit
p.a : pro analisis
CRM : *certified reference material*

4 Pengambilan sampel

Sampel didapatkan dengan mengambil 1 ml darah *vena* tenaga kerja yang ditampung dalam tabung polietilene 3 ml dengan anti pembekuan heparin. Sampel stabil selama 3 hari dalam suhu 4 °C. Pengambilan sampel dapat dilakukan selama waktu kerja, menggunakan *disposable syringes* dan dilakukan oleh tenaga kesehatan terlatih. (Tabel pengambilan sampel dapat dilihat pada Lampiran A).

5 Cara pengukuran

5.1 Prinsip

Darah vena tenaga kerja yang diambil contohnya diekstraksi dengan *Triton X-HCl* dan dilakukan analisis menggunakan spektrofotometer serapan atom dengan atomisasi tungku grafit

5.2 Peralatan

5.2.1 Peralatan non gelas

- a) spektrofotometer serapan atom dengan atomisasi tungku grafit memakai lampu katoda Pb;
- b) pengocok elektrik;
- c) pipa / mangkuk grafit.

5.2.2 Peralatan gelas

- a) tabung reaksi bertutup;
- b) labu ukur 1000 ml, 100 ml, 50 ml;
- c) pipet ukur;
- d) mikropipet otomatis.

CATATAN Semua peralatan gelas yang akan digunakan harus direndam dengan deterjen bebas fosfat, selanjutnya dibilas dengan aquabides dan direndam dalam larutan HNO₃ 10%, kemudian dibilas kembali dengan aquabides. Biarkan peralatan gelas sampai kering dan siap untuk digunakan.

5.3 Bahan

- a) triton X-100;
- b) HNO₃ pekat (65 %) dan HNO₃ 2 %;
- c) HCl;
- d) larutan standard Pb, 1000 µg/ml;
- e) aquabides.

5.4 Prosedur kerja

5.4.1 Pembuatan larutan pengencer Triton X-HCl

- Masukkan aquabides ke dalam labu ukur 1000 ml separuh labu ukur.
- Tambahkan 5 ml HCl pekat dan 5 ml *Triton X-100* lalu kocok sampai larutan homogen dan tanda bataskan.

5.4.2 Pembuatan larutan standar

- Larutan stok Pb 10 ppm :
Masukkan aquabides ke dalam labu ukur 100 ml kira-kira separuh labu ukur, kemudian tambahkan 1 ml HNO_3 pekat dan 1 ml larutan standar Pb 1000 ppm, kocok sampai larutan homogen, lalu tanda bataskan.
- Larutan standar Pb 0,5 ppm :
Ambil dengan pipet 2.5 ml larutan stok Pb 10 ppm ke dalam labu ukur 50 ml, kemudian tambahkan 25 ml HNO_3 2 % dan kocok hingga homogen lalu tanda bataskan dengan larutan HNO_3 2 %.
- Larutan standar Pb 1 ppm :
Ambil dengan pipet 5 ml larutan standar Pb 10 ppm ke dalam labu ukur 50 ml, kemudian tambahkan 25 ml HNO_3 2 % dan kocok hingga homogen lalu tanda bataskan dengan larutan HNO_3 2 %.
- Larutan standar Pb 2 ppm :
Ambil dengan pipet 10 ml larutan standar Pb 10 ppm ke dalam labu ukur 50 ml, kemudian tambahkan 25 ml HNO_3 2 % dan kocok hingga homogen lalu tanda bataskan dengan larutan HNO_3 2 %.
- Larutan standar Pb 3 ppm :
Ambil dengan pipet 15 ml larutan standar Pb 10 ppm ke dalam labu ukur 50 ml, kemudian tambahkan 25 ml HNO_3 2 % dan kocok hingga homogen lalu tanda bataskan dengan larutan HNO_3 2 %.
- Larutan standar Pb 4 ppm :
Ambil dengan pipet 20 ml larutan standar Pb 10 ppm ke dalam labu ukur 50 ml, kemudian tambahkan 25 ml HNO_3 2 % dan kocok hingga homogen lalu tanda bataskan dengan larutan HNO_3 2 %.

5.4.3 Pembuatan kurva kalibrasi

- Siapkan 1 larutan blanko dan 5 larutan standar yang mengandung kadar Pb berkisar antara 10 s/d 60 μg / 100 ml dengan cara berikut :
 - Ambil larutan standar dengan pipet dan masukkan ke dalam masing-masing tabung reaksi sebagai berikut:

0,2 ml larutan standar 0,5 ppm	: 10 μg / 100 ml
0,2 ml larutan standar 1 ppm	: 20 μg / 100 ml
0,2 ml larutan standar 2 ppm	: 40 μg / 100 ml
0,2 ml larutan standar 3 ppm	: 60 μg / 100 ml
0,2 ml larutan standar 4 ppm	: 80 μg / 100 ml

 kemudian kocok selama 2 min s/d 3 min dalam pengocok elektrik.
 - Ambil dengan pipet 9,8 ml larutan pengencer *Triton X – HCl* dan tambahkan ke dalam masing-masing tabung reaksi larutan standar.
 - Ambil dengan pipet 10 ml aquabides dan masukkan ke dalam tabung reaksi sebagai blanko dan kocok selama 2 min s/d 3 min.
- Atur spektrofotometer serapan atom dengan tungku grafit dan optimalkan untuk pengujian Pb sesuai dengan petunjuk alat.

- c) Aspirasikan 10 μ l larutan blanko dan standar tersebut di atas ke dalam spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 283 nm.
- d) Buatlah kurva kalibrasi absorbansi vs konsentrasi dari data di atas dan tentukan persamaan garis lurus (lihat contoh kurva kalibrasi pada Lampiran B).
- e) Bila linieritas kurva kalibrasi (r^2) lebih kecil dari 0,95, ulangi langkah pada butir 5.4.3 c) sampai dengan d) (contoh hasil uji presisi dan akurasi dapat dilihat pada Lampiran C).

5.4.4 Persiapan sampel

- a) Ambil dengan pipet 0,2 ml darah sampel dan masukkan ke dalam tabung reaksi bertutup 15 ml, tambahkan kira-kira 5 ml larutan dilusi, tutup tabung reaksi.
- b) Kocok tabung reaksi dengan pengocok listrik, sampai larutan homogen.
- c) Pindahkan larutan homogen ini ke dalam labu ukur 10 ml, lalu tanda bataskan dengan larutan dilusi.

5.4.5 Analisa sampel dan perhitungan

- a) Atur spektrofotometer serapan atom dan optimalkan untuk pengujian Pb sesuai dengan petunjuk alat.
- b) Aspirasikan 10 μ l larutan sampel tersebut di atas ke dalam spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 283 nm.
- c) Apabila perbedaan hasil pengukuran secara *duplo* lebih dari 20 %, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada butir 5.4.5 b).
- d) Apabila perbedaannya kurang dari 20 %, diambil rerata hasilnya.
- e) Hitung kadar Pb dalam darah dengan cara mensubstitusi hasil pembacaan absorbansi ke kurva kalibrasi yang dihasilkan dari pengukuran absorbansi larutan standar.

5.4.6 Laporan hasil pengukuran

Laporan hasil pengukuran kadar Pb dalam darah dituliskan dalam bentuk formulir (dilihat pada Lampiran D).

6 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

6.1 Jaminan mutu

- a) Gunakan alat gelas bebas kontaminan.
- b) Gunakan bahan kimia berkualitas murni.
- c) Gunakan spektrofotometer serapan atom dengan kondisi optimal.
- d) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- e) Pipa / mangkuk grafit diganti setiap 100 analisis sampel.

6.2 Pengendalian mutu

- a) Linieritas kurva kalibrasi (r^2) harus sama dengan atau lebih besar dari 0,95.
- b) Lakukan uji temu balik. Kisaran persen temu balik adalah 80 % s/d 120 %.

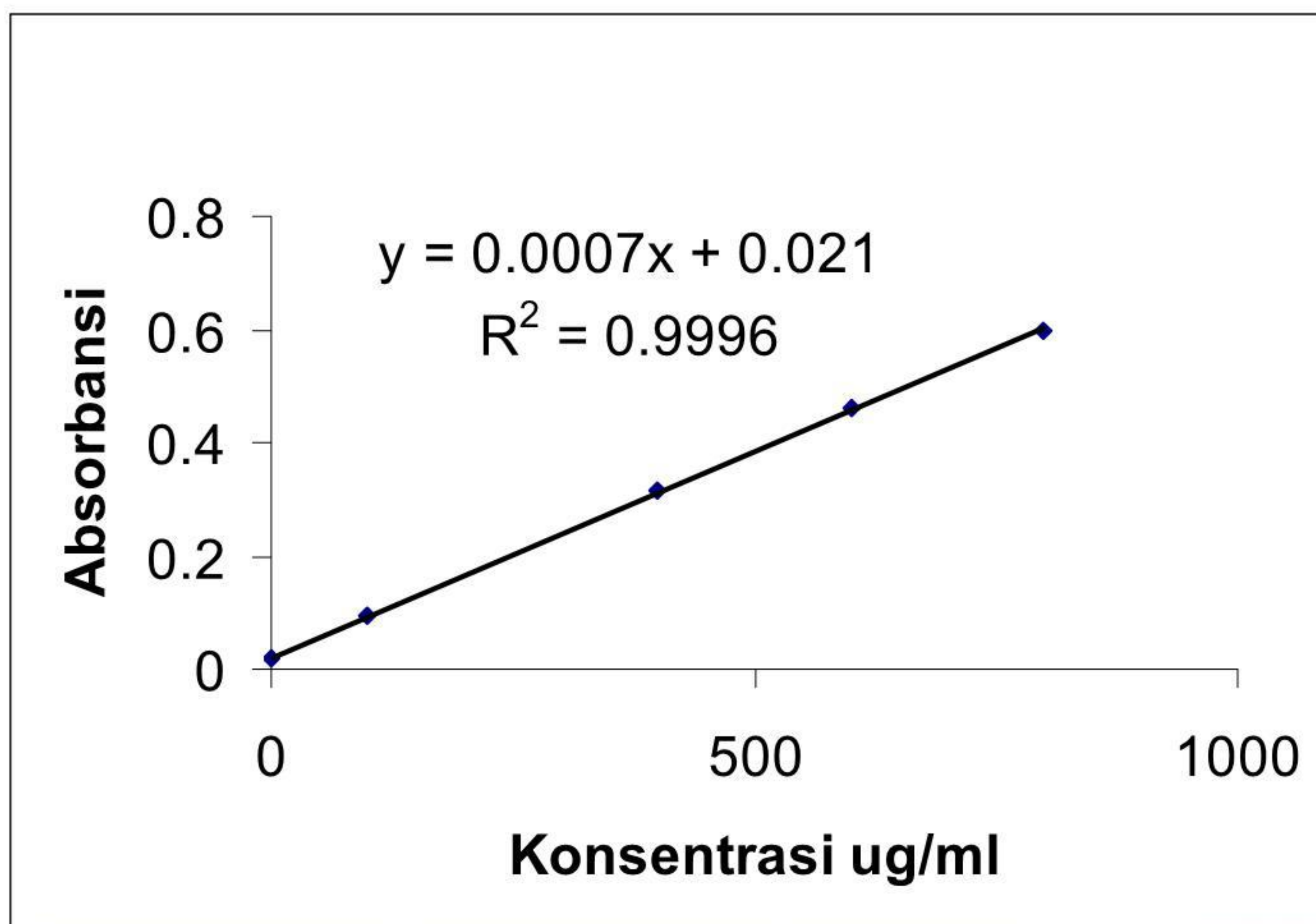
Formulir pengambilan sampel timah hitam dalam darah tenaga kerja

Tabel A.1 - Data pengambilan sampel timah hitam dalam darah tenaga kerja

No	Nama	Jenis kelamin	Umur (tahun)	Bagian kerja	Masa kerja
					

(.....)

Lampiran B
(informatif)
Contoh kurva kalibrasi



Gambar B 1 - Contoh kurva kalibrasi

Lampiran C
(informatif)
Contoh jaminan mutu hasil uji presisi dan akurasi

- | | | | |
|----|-------------------|---|--------------|
| 1. | Uji presisi | : | KV = 8,79 % |
| 2. | Uji recovery | : | 109,89 % |
| 3. | Uji limit deteksi | : | 18,994 µg/ml |
| 4. | Uji linieritas | : | R = 0,999 |



Lampiran D
(normatif)

Formulir pengukuran kadar timah hitam dalam darah tenaga kerja

Nama perusahaan :
Alamat perusahaan :
Jenis perusahaan :
Tanggal pengambilan sampel darah :

Tabel D.1 - Data analisis laboratorium kadar timah hitam dalam darah

No	Nama	Jenis kelamin	Umur (tahun)	Bagian kerja	Masa kerja (tahun)	Kadar Pb darah $\mu\text{g}/100\text{ ml Pb}$

Petugas pengambil contoh

(.....)

Bibliografi

Confer, Robert G ; Confer, Thomas R, Occupational Health and Safety Terms, Definition and Abbreviations, Lewis Publishers, 1994.

NIOSH Manual of Analytical Methods, Lead by flame AAS, Methods 8003, 1997.













BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id